

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

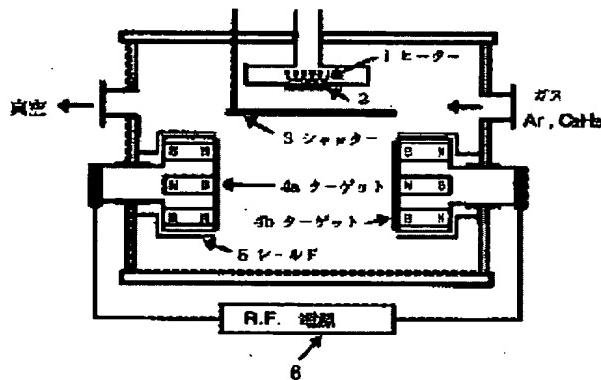
**MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND METHOD FOR MANUFACTURING THE SAME**

**Patent number:** JP2001093130  
**Publication date:** 2001-04-06  
**Inventor:** HIRATSUKA NOBUYUKI  
**Applicant:** NARUSE ATSUSHI  
**Classification:**  
- international: G11B5/64; G11B5/851  
- european:  
**Application number:** JP19990269964 19990924  
**Priority number(s):**

**Abstract of JP2001093130**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a magnetic recording medium which is enhanced in coercive force and is reduced in medium noise.

**SOLUTION:** This magnetic recording medium is constituted by having a polymerized high polymer which is a base phase and CoPT magnetic particles dispersed in the polymerized high polymer. This method consists in forming the magnetic recording medium by introducing a polymer forming gas in such a manner that its partial pressure attains <=0.3 mTorr and dispersing the CoPT magnetic particles into the polymerized high polymer by a sputtering method.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-93130

(P2001-93130A)

(43)公開日 平成13年4月6日(2001.4.6)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

G 1 1 B 5/64  
5/851

識別記号

F I

G 1 1 B 5/64  
5/851

テ-マコ-ド\*(参考)

5 D 0 0 6  
5 D 1 1 2

審査請求 未請求 請求項の数15 O.L (全 8 頁)

(21)出願番号

特願平11-269964

(22)出願日

平成11年9月24日(1999.9.24)

特許法第30条第1項適用申請有り 平成11年3月24日  
社団法人電気化学会発行の「電気化学会第66回大会講演  
要旨集」に発表

(71)出願人 399057827

成瀬 淳

神奈川県小田原市城山3-8-13-110

(72)発明者 平塚 信之

埼玉県与野市大戸5丁目9番2号

(74)代理人 100088096

弁理士 福森 久夫

Fターム(参考) 5D006 BB01 BB06 BB07 DA03 EA03

FA09

5D112 AA05 AA24 BB05 BB10 FB08

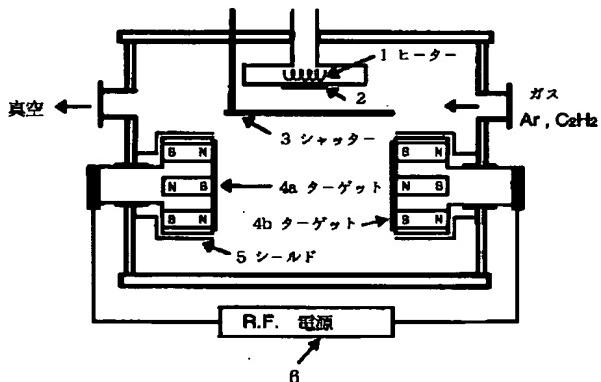
GB03

(54)【発明の名称】 磁気記録媒体及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】 保磁力を高め、媒体ノイズを低減化した磁気記録媒体を得る。

【解決手段】 母相となる重合高分子と、該重合高分子中に分散されたCoPt磁性粒子とを有して構成されたことを特徴とする。重合体生成ガスをその分圧が0.3 mTorr以下となるように導入し、スパッタリング法により重合高分子中CoPt磁性粒子を分散させてなる磁気記録媒体を形成することを特徴とする。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 母相となる重合高分子と、該重合高分子中に分散された磁性粒子とを有して構成されたことを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 前記磁性粒子はC<sub>o</sub>基磁性粒子であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体。

【請求項3】 前記C<sub>o</sub>基磁性粒子はC<sub>o</sub>P<sub>t</sub>粒子であることを特徴とする請求項2記載の磁気記録媒体。

【請求項4】 前記重合高分子はアセチレンガスを原料として形成された重合高分子であることを特徴とする請求項1ないし3のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。

【請求項5】 磁気記録媒体は、薄膜状に構成されたことを特徴とする請求項1ないし4のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。

【請求項6】 前記磁気記録媒体は、グラニュラー薄膜であること特徴とする請求項1ないし5のいずれか1項記載の磁気記録媒体。

【請求項7】 ターゲット及び基体が配置されたチャンバー内に重合生成ガスを所定の分圧となるように導入し、放電を行うことにより重合高分子中に磁性粒子を分散させてなる磁気記録媒体を形成することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項8】 重合生成ガスをその分圧が0.4mTorr以下となるように導入することを特徴とする請求項7記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項9】 重合生成ガスをその分圧が0.1～0.3mTorrとなるように導入することを特徴とする請求項8に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項10】 全ガス圧を5～15mTorrとすることを特徴とする請求項7ないし9のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項11】 基板温度を200℃以上とすることを特徴とする請求項7ないし10のいずれか1項記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項12】 基板温度を250～350℃とすることを特徴とする請求項11記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項13】 前記重合生成ガスはアセチレンガスであることを特徴とする請求項7ないし12のいずれか1項記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項14】 前記磁性粒子はC<sub>o</sub>基磁性粒子であることを特徴とする請求項7ないし13のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項15】 前記C<sub>o</sub>基磁性粒子はC<sub>o</sub>P<sub>t</sub>粒子であることを特徴とする請求項14記載の磁気記録媒体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【発明の属する技術分野】本発明は、磁気記録媒体及びその製造方法に係り、特に、プラズマ重合アセチレン含有C<sub>o</sub>P<sub>t</sub>グラニュラー薄膜の構造および磁気特性に特

徴を有する磁気記録媒体及びその製造方法に関する。

【従来の技術】従来、磁気記録媒体は、例えば、情報の蓄積および管理に適用される。情報ネットワーク時代を迎え情報通信の高次化および多様化が進み、情報の相互交信、蓄積および管理が重視される。これに伴い磁気ディスク装置の小型化および大容量化が大幅に進み、磁気記録技術のさらなる発展が期待されている。

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来技術において磁気記録媒体の高密度化を進めると、媒体ノイズが重要な課題となる。この媒体ノイズを低減するためには、保磁力を高め、磁性粒子間に働く交換相互作用を抑制しなければならない問題を伴う。本発明は、保磁力を高め、媒体ノイズを低減化した磁気記録媒体及びその製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】本発明の磁気記録媒体は、母相となる重合高分子と、該重合高分子中に分散された磁性粒子とを有して構成されたことを特徴とする磁気記録媒体。本発明の磁気記録媒体の製造方法は、ターゲット及び基体が配置されたチャンバー内に重合生成ガスを所定の分圧となるように導入し、放電を行うことにより重合高分子中に磁性粒子を分散させてなる磁気記録媒体を形成することを特徴とする。本発明において、重合生成原料としては、二重結合、三重結合を有するものであればよい。例えばアルキンC<sub>n</sub>H<sub>2n-2</sub>、アルケンC<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>で表される炭化水素が用いられる。より具体的にはアセチレン、アリレン、エチレン、プロピレン等が用いられるがアセチレンが最も好ましい。磁性粒子としては、C<sub>o</sub>基磁性粒子が好ましく、その中でもC<sub>o</sub>P<sub>t</sub>が好ましい。他の磁性粒子としてはC<sub>o</sub>NiP<sub>t</sub>、C<sub>o</sub>C<sub>r</sub>、C<sub>o</sub>C<sub>r</sub>T<sub>a</sub>等が挙げられる。本発明の製造方法においては、重合生成ガスと不活性ガスとの混合ガスをチャンバーに導入する。不活性ガスとしては、例えば、Ar、He、Xe、N<sub>2</sub>などが用いられる。導入するガスの所定の全ガス圧は、用いる装置、電圧、周波数などにより異なるが放電が生ずるに十分なガス圧以上とする。例えば、5～15mTorrが好ましく、9～11mTorrがより好ましい。この範囲内とすることにより密度の高いプラズマを発生させることができ、より良好な特性を有する磁気記録媒体の製造が可能となる。

なお、好ましいガス圧は装置ごとに実験などにより求めめておけばよい。一方、重合生成ガスの分圧としては、全ガス圧の0.1以下とすることが好ましい。さらに、分圧を0.4mTorr以下とすることが好ましく、0.1～0.3Torrとすることがより好ましい。基板温度としては、200℃以上が好ましく、250～350℃がより好ましい。

【実施例】次に、添付図面を参照して本発明による磁気記録媒体の実施例を詳細に説明する。図1～図11を参照すると、本発明の磁気記録媒体の一実施例が示されている。本発明の目的遂行において、磁性粒子を非磁性マ

トリクス中に分散させたグラニュラー媒体は、強磁性粒子が孤立化することにより、磁性粒子間に働く交換相互作用が低減するために、低ノイズ媒体として有効であると考えられる。本発明の実施形態では、強磁性粒子としてCoPt合金を選択し、また自己潤滑性の高い重合物を非磁性マトリクスとして選択した。そして、プラズマ重合アセチレン含有CoPtグラニュラー薄膜を作製し、その構造および磁気特性を調べることとした。図1は、対向ターゲット式r.f.マグнетロンスパッタリング装置の構成例を示している。図1に示すスパッタリング装置は、ヒーター1、シャッター3、シールド5、高周波(RF)電源6を有して構成される。なお、2は基板、4はターゲットである。ヒーター1は、基板2を加熱するための熱源である。基板2は、薄膜を堆積するための板状物質である。シャッター3は、蒸発した原子・分子が基板に堆積するのを防止する金属板である。ターゲット4a, 4bは、堆積したい物質を円盤あるいはチップにして電極面に装着したものである。シールド5は、電極とチャンバー間を絶縁するものである。RF電源6は、高周波電源である。上記に構成される対向ターゲット式RFマグネットロンスパッタリング装置は、Co円盤上にPtチップを装着した1対のターゲット4a, 4bを対向させ、このターゲット間に13.56MHzの高周波電界を印加して、プラズマ状のArおよびC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>ガスがCoとPtをスパッタすることにより、石英基板2上にCoPt合金を堆積することができる。それと同時にプラズマ化したアセチレン(C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)は、重合して重合高分子として石英基板上に堆積される。なお、重合高分子はアセチレン重合高分子を主成分としていると考えられる。こうして非磁性重合高分子の母相の中に、CoPt磁性粒子が分散して存在するグラニュラー膜が作製される。図2に成膜条件を表化して示す。この薄膜の作製には、上記の対向ターゲット式r.f.マグネットロンスパッタリング装置を使用した。Co円盤上にPtチップを装着してターゲットとして対向させた。CoとPtの組成比は、Ptチップの数を変えて調整した。チャンバー内を1.0×10<sup>-6</sup>Torr以下に排気後、アセチレンガス分圧(PC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)を0～0.5mTorrにし、これにArガスを加えて全体の圧力(PAr+C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)が10mTorr一定となるようにした。基板には溶融石英板を用い、基板温度を室温から400℃まで変えた。スパッタ電力を1.3W/cm<sup>2</sup>印加し、膜厚が600～800Åになるように成膜した。

(IRスペクトル) 次に実験結果を説明する。まず、非磁性マトリクスである有機物が重合物であることを確認するために、マトリクスのIRスペクトルを図3に示す。この薄膜はC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>分圧を0.5mTorrとし、基板温度は室温で作製した。この結果から、プラズマ重合アセチレンの特徴であるカルボニル基および不飽和二重結合の吸収が、1700cm<sup>-1</sup>付近に見られる。これ

は、マトリクスが高度の架橋構造を持つ重合膜であると考えられる。

(薄膜の構造および特性) 次にグラニュラー薄膜の成膜条件を検討するために、異なるC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>分圧で作製した薄膜の構造および特性を調べた。図4は、CoPt中のPt含有率および抵抗率のC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>分圧依存性を示す。Pt含有率は、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>分圧の増加に伴い増大する。これはプラズマ状態のArとC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>およびCoとPtの原子の挙動が、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>分圧の増加により変化すると考えられる。そしてC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>分圧が0.2mTorrを超えると、抵抗率は著しく増大する。これは、重合物の増加によりCoPt粒子が分散し孤立化するためである。なお、図4中の矢印は、左右に記した対応するディメンションの方向を示している。図6および図8も同様である。

(薄膜のX線回折特性1) 次に、重合物の増加がCoPt粒子の結晶配向性にもたらす変化を検討した。図5は、各C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>分圧で作製した薄膜のX線回折図を示す。CoPt合金薄膜の2θが41度、44度および47度付近に見られる三つのピークは、それぞれhcp-Coの(100)面、(002)面および(101)面による回折である。重合物の増加に伴いhcp-Coの面内配向性は著しく低下する。また、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>分圧が0.3mTorr以上で成膜すると、CoPt粒子は微結晶化する。これは重合物の増加により、CoおよびPtの合金化が妨げられるためである。

(磁気特性) 次に、これらの結果と磁気特性の関係を検討した。図6は、保磁力および磁化値のC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>分圧依存性を示す。保磁力は、重合物の増加に伴って減少する。これはCoおよびPtの合金化が妨げられると同時に、Pt含有率が増加するためである。磁化値は、重合物の増加に伴い徐々に増大する。これは、合金化が妨げられた結果、Co単体の粒子が形成されると考えられる。そして、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>分圧が0.3mTorrを超えると磁化値は減少する。これは、重合物の増加により膜中のCo粒子の量が減少すると考えられる。以上の結果から、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>分圧をできる限り少なくした上で、CoおよびPtが金属間化合物を形成できるように、成膜条件を検討する必要がある。

(薄膜のX線回折特性2) そこでC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>分圧を0.1mTorr一定として異なる基板温度で成膜し、その構造および特性を検討した。図7は、各基板温度で作製した薄膜のX線回折図を示す。基板温度300度以上でhcp-Coの面内配向性が著しく高くなる。これは、基板温度を高めることにより、CoおよびPtの合金化が進むためである。そして基板温度400度では、hcp-Coの回折ピークがさらに強まる。これは、CoPt粒子の合金化により、hcp-Coの結晶化が促進したためである。

(磁気特性) 次に磁気特性との関係を検討した。図8は、保磁力および磁化値の基板温度依存性を示す。保磁

力は、基板温度を高めることにより増大する。そして、基板温度300度で最大値1.8kOeとなり、その後減少する。磁化値に大きな変化は見られなかった。保磁力の増加は、CoおよびPtの合金化により面内配向性が高まるためである。そして基板温度400度における保磁力の減少は、結晶性の向上により結晶粒径が大きくなると考えられる。

(薄膜の表面構造) 優れた磁気特性を示す基板温度30度のグラニュラー薄膜において、磁性粒子が微細化および均一化されることを確認するために膜の表面構造を調べた。図9および図10は、CoPt合金薄膜およびCoPt-(C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)<sub>n</sub>グラニュラー薄膜の表面構造例をそれぞれ示す。図9がT<sub>s</sub>=300℃、P<sub>C2H2</sub>=0mTorrでのCo<sub>91</sub>Pt<sub>9</sub>薄膜f=1m、図10がT<sub>s</sub>=300℃、P<sub>C2H2</sub>=0.1mTorrでのCo<sub>90</sub>Pt<sub>10</sub>-(C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)<sub>n</sub>グラニュラー薄膜、をそれぞれ示している。CoPt合金薄膜において磁性粒子の粒径は、30nmから40nmと大きく且つ不均一である。これに対して、グラニュラー薄膜では、直径約20nmの磁性粒子が重合物中に均一に分散している。これは、基板上に堆積した重合物が熱エネルギーにより移動し易くなることにより、逆にCoPt合金粒子の成長が抑制されたと考えられる。

(動作確認) 次に、このグラニュラー薄膜において、磁性粒子が磁気的に分断されることを確認するために、粒子間の相互作用を調べた。図11は、CoPt合金薄膜およびグラニュラー薄膜のHenkel plotsを示す。記録媒体において粒子間の相互作用がない場合には、Stone-Wohlfarthの関係を満たす。そしてこの理論値から外れる場合は、媒体における相互作用が存在する。もし、実験値が理論値よりも上側にある場合は磁化による作用であり、下側にある場合は反磁界によるものである。この結果から、実線で示されるグラニュラー薄膜は、点線で示されるCoPt合金薄膜より理論値に近づいている。これは、重合物によりCoPt粒子が磁気的に分断され、粒子間の相互作用が低減するためである。なお、スパッタリング装置としては図1に示す装置に限らず、平行平板タイプの装置でもよいし、また、ターゲットとしてはCoPt合金ターゲット

トを用いても良い。

【発明の効果】以上の中説より明かなように、本発明の磁気記録媒体は、母相となる重合高分子中に磁性粒子が分散されて構成されている。よって、磁性粒子を非磁性マトリクス中に分散させたグラニュラー媒体が低ノイズ媒体として有効に働き、保磁力を高め、媒体ノイズを低減化する。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の磁気記録媒体の実施形態に適用される、対向ターゲット式r.f.マグネットロンスパッタリング装置の構成例を示している。

【図2】成膜条件を表化して示した図表である。

【図3】非磁性マトリクスである有機物が重合物であることを確認するための、IRスペクトルを示した図である。

【図4】CoPt中のPt含有率および抵抗率のC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>分圧依存性を示した図である。

【図5】各C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>分圧で作製した薄膜のX線回折特性を示した図である。

【図6】保磁力および磁化値のC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>分圧依存性を示した図である。

【図7】各基板温度で作製した薄膜のX線回折特性を示した図である。

【図8】保磁力および磁化値の基板温度依存性を示した図である。

【図9】Co<sub>91</sub>Pt<sub>9</sub>の合金薄膜の表面構造例1を示した図である。

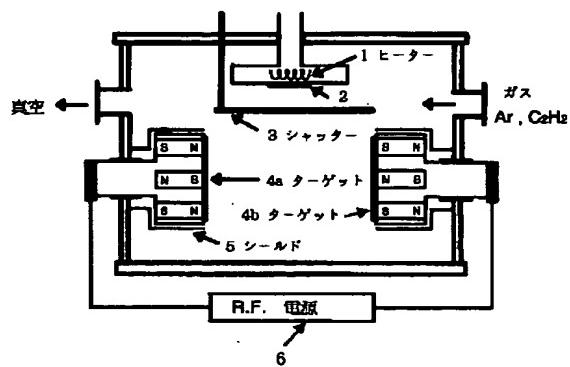
【図10】(Co<sub>90</sub>Pt<sub>10</sub>-(C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)<sub>n</sub>)グラニュラーブルの表面構造例2を示した図である。

【図11】CoPt合金薄膜およびグラニュラー薄膜のHenkel plotsを示す図である。

#### 【符号の説明】

- 1 ヒーター
- 2 基板
- 3 シャッター
- 4 a, 4 b ターゲット
- 5 シールド
- 6 高周波電源

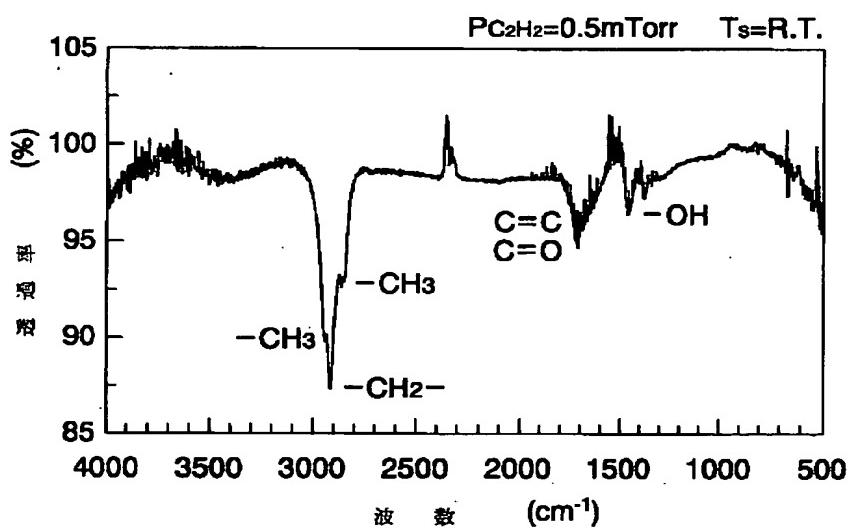
【図1】



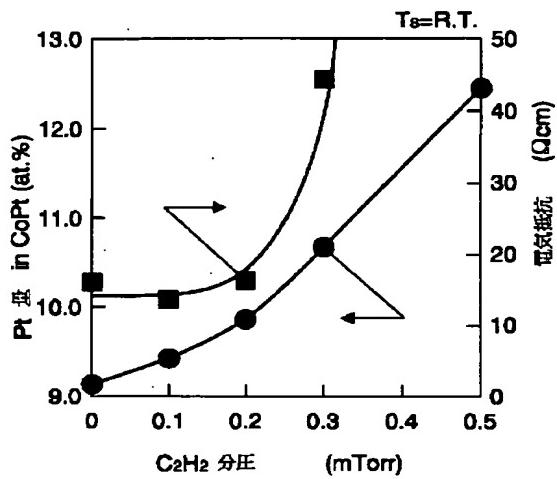
【図2】

実験条件	
ターゲット	Co,Pt
背圧	$1.0 \times 10^{-6}$ Torr
ガス圧	$PC_2H_2=0\sim0.5mTorr$ $P_{Ar+C_2H_2}=10mTorr$
スパッタリング電力	$1.3W/cm^2$
基板	培養石英
基板温度	R.T.~400°C
膜厚	600~800Å

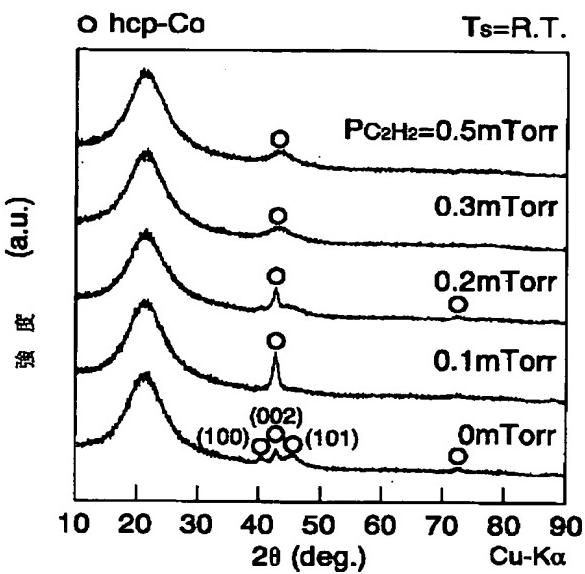
【図3】



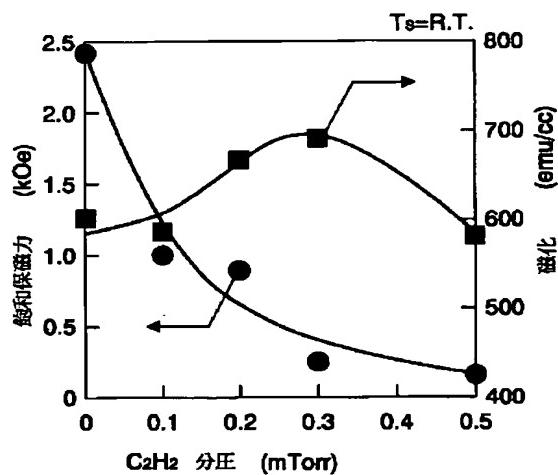
【図4】



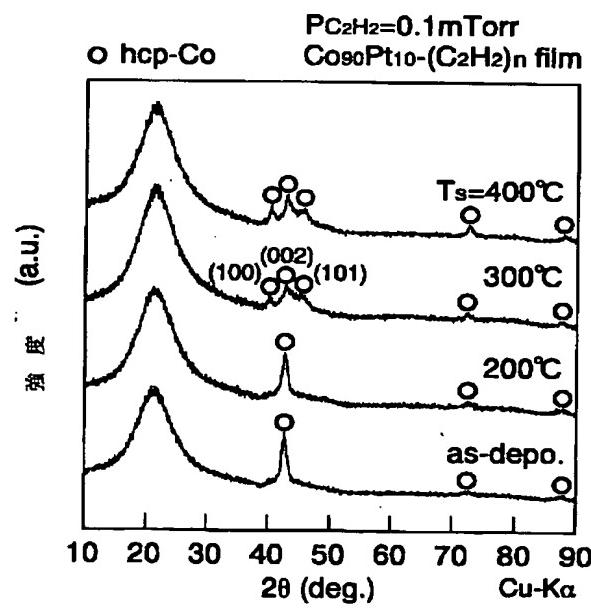
【図5】



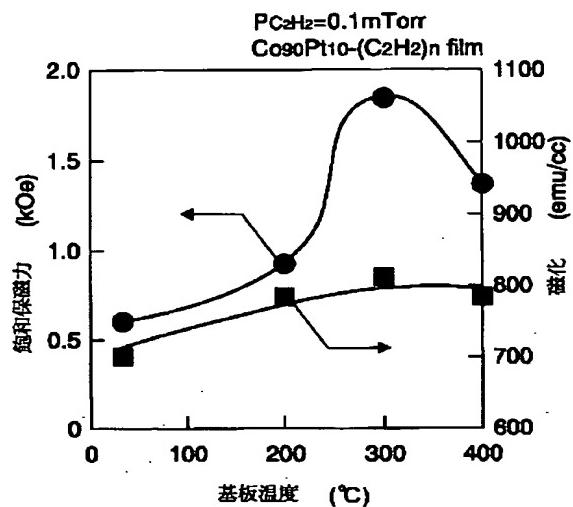
【図6】



【図7】



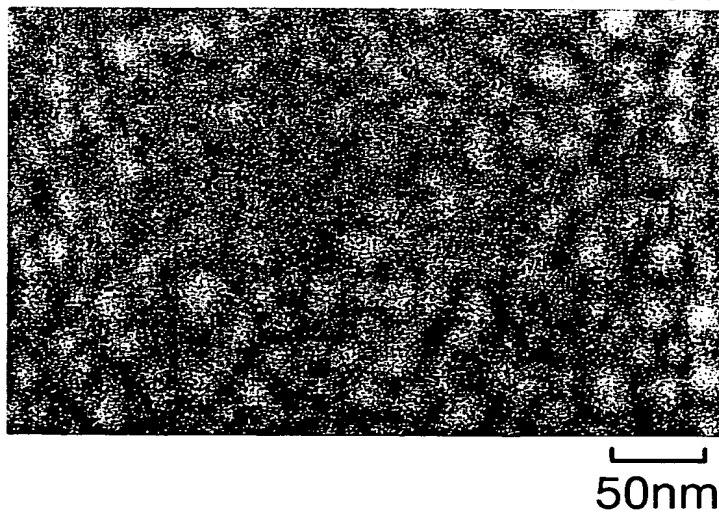
【図8】



【図9】

**Co<sub>91</sub>Pt<sub>9</sub> 薄膜**

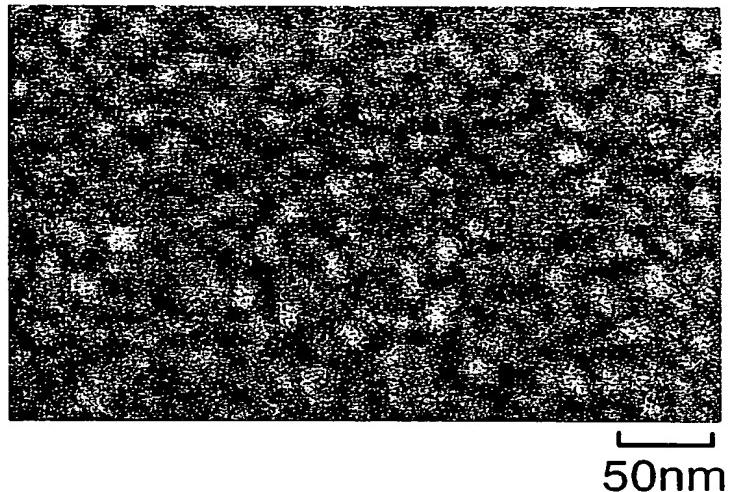
$T_s=300^\circ\text{C}$        $P_{C_2H_2}=0\text{mTorr}$



【図10】

$\text{Co}_{90}\text{Pt}_{10}-(\text{C}_2\text{H}_2)_n$  グラニュラー薄膜

$T_s=300^\circ\text{C}$   $P_{\text{C}_2\text{H}_2}=0.1\text{mTorr}$



【図11】

